

【物件名】

刊行物 1

刊行物 1

【添付書類】



(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-227768

(43)公開日 平成9年(1997)9月2日

(51)Int.Cl.	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C08L 67/02	KKG		C08L 67/02	KKG
	LPD			LPD
C08J 3/22	CFD		C08J 3/22	CFD
5/18	CFD		5/18	CFD
C08K 3/22	KJR		C08K 3/22	KJR

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全4頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平8-7970

(22)出願日 平成8年(1996)1月22日

(31)優先権主張番号 特願平7-328531

(32)優先日 平7(1996)12月18日

(33)優先権主張国 日本(JP)

(71)出願人 000222118

東洋インキ製造株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(72)発明者 宮下 達

東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋イ

ンキ製造株式会社内

(72)発明者 佐久間 寿

東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋イ

ンキ製造株式会社内

(72)発明者 川村 昌博

東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋イ

ンキ製造株式会社内

(54)【発明の名称】 着色剤組成物およびその着色剤組成物を用いて成る成形物

(57)【要約】

【課題】 酸化チタンを高濃度に含有する着色剤組成物であって、分散性に優れ、成形物の物性低下を引き起こさない着色剤組成物を提供すること。

【解決手段】 0.1~2.0重量%のポリオールを含有する酸化チタン、およびポリエステル系樹脂を含有し、加熱溶練して成る着色剤組成物であって、該着色剤組成物中のポリエステル樹脂の極限粘度保持率が80%以上であることを特徴とする着色剤組成物。

(2)

特開平9-227768

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 0.1～2.0重量%のポリオールを含有する酸化チタン、およびポリエステル系樹脂を含有し、加熱混練して成る着色剤組成物であって、該着色剤組成物中のポリエステル系樹脂の極限粘度保持率が80%以上であることを特徴とする着色剤組成物。

【請求項2】 0.01～2.0重量%のアルミナと0.1～2.0重量%のポリオールとを含有する酸化チタン、およびポリエステル系樹脂を含有し、加熱混練して成る着色剤組成物であって、該着色剤組成物中のポリエステル系樹脂の極限粘度保持率が80%以上であることを特徴とする着色剤組成物。

【請求項3】 酸化チタンがアナターゼ型であることを特徴とする請求項1または2記載の着色剤組成物。

【請求項4】 ポリエステル系樹脂用の着色剤組成物であることを特徴とする請求項1ないし3いずれか記載の着色剤組成物。

【請求項5】 請求項1ないし4いずれか記載の着色剤組成物を用いて成る成形物。

【請求項6】 フィルムまたは繊維であることを特徴とする請求項5記載の成形物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、熱可塑性樹脂を着色成形加工する際に用いられる着色剤組成物に関し、詳しくはポリエステル成形物、特にポリエステルフィルム、シート等の薄膜の成形物、あるいは繊維の着色に適用した分散性に優れた着色剤組成物に関する。更に詳しくは成形物の物性低下を引き起こさない着色剤組成物、およびその着色剤組成物を用いてなる成形物に関する。

【0002】

【従来の技術】熱可塑性樹脂を着色成形加工する際に用いられる着色剤組成物には、顔料と分散剤とを混合した粉末状のドライカラー、常温液状の分散剤中に顔料を分散させたリキッドカラーまたはペーストカラー、常温固体状の樹脂に顔料を高濃度に分散させてペレット状やフレーク状にしたマスターバッチ等がある。中でも、取り扱いの容易さ、および使用時の作業環境保全に優れたマスターバッチが用いられることが多い。

【0003】従来からポリエステル樹脂は、その優れた機械的特性や寸法安定性、耐薬品性を活かし包装用、フィルム用途、繊維等多くの分野で利用されている。また、酸化チタンは、優れた白さ・高隠蔽性・高着色力のため樹脂着色用白色顔料として多量に使用されている。近年、係る優れた特性を有するポリエステル樹脂と優れた隠蔽性等を有する酸化チタンとを含有する着色剤組成物が、金属板ラミネートフィルム、クレジットカードやテレホンカード用のフィルム、あるいは繊維等その他の種々の成形物に広く利用され、その利用範囲は益々広がっていく傾向にある。

2

【0004】特に近年、フィルム等の成形物に対してつる薄膜化・薄肉化の要求と、求められる隠蔽性とを共に満足するために、成形物中の酸化チタンの含有量を増加し（高濃度化）、成形物中の酸化チタンの分散性も向上する必要が生じてきた。繊維用途に対しては、紡糸する際の糸切れ防止や紡糸機中のフィルターの目詰り頻度の低減、つまり酸化チタンの高分散性が要求されている。成形物に対するこれらの要求に対応するために、成形物を得る際に使用される着色剤組成物にも同様の要求、すなわち着色剤組成物中に酸化チタンを分散性良く、高濃度に含有することが求められている。

【0005】一方、ポリエステル樹脂を着色する際に使用する酸化チタンは、耐水性・分散性等を向上するために種々の表面処理が施されていることが一般的である。この表面処理は、無機処理（アルミナ、シリカ、チタニヤ、ジルコニヤ等）と、有機処理（ポリオール系、シリコン系）に大別される。上記のような処理によってポリエステル樹脂に対する酸化チタンの分散性は向上し、該酸化チタンを含有する成形物の耐水性も向上する。

【0006】しかしながら、上記のような処理を施した酸化チタンであっても、一般に水分を有するものであり、係る水分によって、着色剤組成物中のポリエステル樹脂が加水分解を起こし、分子量が低下する。そして、係る分子量の低下したポリエステル樹脂を含有する着色剤組成物は、該着色剤組成物を用いて成る成形物の物性の低下を原因となる。特に着色剤組成物中に高濃度の酸化チタンを含有すると、ポリエステル樹脂の分子量低下が顕著になり、分子量低下の顕著なポリエステル樹脂を含有する着色剤組成物を用いると成形物の物性低下も顕著になる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、酸化チタンを高濃度に含有する着色剤組成物であって、分散性に優れ、成形物の物性低下を引き起こさない着色剤組成物を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】すなわち、第1の発明は、0.1～2.0重量%のポリオールを含有する酸化チタン、およびポリエステル系樹脂を含有加熱混練して成る着色剤組成物であって、該着色剤組成物中のポリエステル樹脂の極限粘度保持率が80%以上であることを特徴とする着色剤組成物である。

【0009】第2の発明は、0.01～2.0重量%のアルミナと0.1～2.0重量%のポリオールとを含有する酸化チタン、およびポリエステル系樹脂を含有し、加熱混練して成る着色剤組成物であって、該着色剤組成物中のポリエステル系樹脂の極限粘度保持率が80%以上であることを特徴とする着色剤組成物である。

【0010】第3の発明は、酸化チタンがアナターゼ型であることを特徴とする第1の発明または第2の発明記

(3)

特開平9-227768

3

載の着色剤組成物である。

【0011】第4の発明は、ポリエステル系樹脂用の着色剤組成物であることを特徴とする第1の発明ないし第3の発明いずれか記載の着色剤組成物である。

【0012】第5の発明は、第1の発明ないし4の発明いずれか記載の着色剤組成物を用いて成る成形物であり、第6の発明は、フィルムまたは繊維であることを特徴とする第5の発明記載の成形物である。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明で使用するポリエステル系樹脂は、従来公知の樹脂である。テレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレン2,6-ジカルボン酸の如き芳香族ジカルボン酸、又は、そのエステルとエチレングリコール、ジエチレングリコール、テトラメチレングリコール等の如きグリコールとを縮重合させて得ることのできるポリエステルである。代表的なものとしてポリエチレンテレフタレートやポリブチレンテレフタレートが挙げられる。これらのポリエステル樹脂は、複数種のカルボン酸成分と複数種のジオール成分とを組み合わせたものであっても良い。

【0014】本発明で使用する酸化チタンは、0.1～2.0重量%のポリオールを含有するものであるか、あるいは0.01～2.0重量%のアルミナ及び0.1～2.0重量%のポリオールを含有するものであり、ポリオールは0.3～1.5重量%含有することが好ましく、アルミナを含有する場合には0.1～0.6重量%含有することが好ましい。また、白色度の点からはアナターゼ型であることが好ましい。

【0015】アルミナが2.0重量%を越えると、アルミナ中の水分が着色剤組成物中のポリエステル樹脂の加水分解を促進し分子量低下を引き起こす原因となる。

【0016】また、ポリオールが2.0重量%を越えると、着色剤組成物製造時にポリオールが分解し、臭気、発煙が発生し易くなる。一方、ポリオールが0.1重量%未満であると酸化チタンの分散性が不良となる。

【0017】アルミナを含有する酸化チタンを得る方法としては、酸化チタンを製造する際にアルミニウムの塩類水溶液を加え、これを中和するアルカリまたは酸を加えて、生成する含水酸化物で酸化チタン粒子表面を被覆する。副生する水溶性塩類はデカンテーション、濾過、洗浄により除去し、最終的にスラリーpHを調節して濾過し純水により洗浄する。その洗浄液ケーキはスプレードライヤー等により乾燥しジェットミルなどの流体エネルギー粉砕機で粉砕し目的の酸化チタンを得る。または、市販の酸化チタンに表面処理を施しても良い。

【0018】ポリオールを含有する酸化チタンを得るには、酸化チタンにトリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、トリエタノールアミン等のポリオールを添加し、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサーなどの高剪断力混合機を用いて均一に混合し表面処理すればよ

4

い。

【0019】本発明で用いられる上記のような酸化チタンは、粒度分布0.05～0.40 $\mu$ mで平均粒径0.15～0.20 $\mu$ mであることが好ましい。

【0020】本発明の着色剤組成物は、前記の酸化チタンとポリエステル樹脂とを2/8～8/2の割合で配合すれば良く、5/5～7/3であることが好ましく、種々の混合機や分散機や混練機を用いて酸化チタンとポリエステル樹脂とを加熱混練すれば良い。また、本発明の着色剤組成物は、ペレット状やフレーク状のマスターバッチであることが好ましい。

【0021】本発明の着色剤組成物中のポリエステル樹脂の極限粘度は、該ポリエステル樹脂の劣化（加水分解）の状態を示すものである。酸化チタンとポリエステル樹脂とを含有し、加熱混練して成る着色剤組成物を適当な溶媒を用いて、着色剤組成物中のポリエステル樹脂を溶解せしめ、酸化チタンを分離してなる、濃度の異なるポリエステル樹脂溶液を複数用いて、各樹脂溶液の粘度を求め、定法に従い、粘度/濃度の値を濃度に対してプロットし、濃度0に extrapolate して求めた値である。極限粘度保持率とは、該着色剤組成物中のポリエステル樹脂の極限粘度の、該着色剤組成物に用いられるポリエステル樹脂（ブランク）の極限粘度に対する比であって、係る値が大きいくほど、つまり該着色剤組成物中のポリエステル樹脂の極限粘度がブランクの極限粘度に近いほど、該着色剤組成物中のポリエステル樹脂は劣化していない。

【0022】

【実施例】

実施例1～3、比較例1～5

ホモポリエチレンテレフタレート（ $\eta$ ）=0.630）50重量%、アナターゼ型酸化チタン（表1に示す各処理を施したもの）50重量%を溶融混練機にて、溶融混練し、ペレット状の着色剤組成物（マスターバッチ）を得、得られたマスターバッチ中のポリエステル樹脂の極限粘度保持率を下記の方法に従って求めた。また、得られたマスターバッチの分散性を評価すると共に、得られたマスターバッチを用いて、フィルムを作成し、その物性等を評価した。結果を表1に示す。なお、比較例2、5は、マスターバッチ作成時に臭気が発生した。

【0023】〔極限粘度（ $\eta$ ）〕および〔極限粘度（ $\eta$ ）保持率〕

極限粘度（ $\eta$ ）は、ポリエステル樹脂をそれぞれ0.1g、0.3g、0.5gを含有するマスターバッチを、フェノール/テトラクロロエタン=50/50（重量比）の混合溶媒100mlを用いて、マスターバッチ中のポリエステル樹脂を溶解し、酸化チタンを遠心分離によって除去した後の各ポリエステル樹脂溶液の30℃における粘度を測定し、定法に従い、求めた。なお、ブランクの場合は、マスターバッチの代わりに、ポリエス

(4)

特開平9-227768

5

6

ル樹脂そのものを用い、遠心分離による酸化チタンの除去を経ない以外は、上記と同様にして極限粘度を求めた。極限粘度保持率は、マスターバッチ中のポリエステル樹脂の極限粘度/ブランクの極限粘度である。

【0024】〔分散性評価方法〕ラボプラストミル単軸押出機20mm(東洋精機製)の出口の10/80/120/500と順次メッシュの細くなるスクリーンを装着し、50rpm、押出温度300℃にて、低密度ポリエチレン(比重0.916、MFR 9.0g/10min)とマスターバッチを1:1に配合したペレットを通し、通し始めた時の初期圧力(P1)を求め、前記1:1に配合したペレットを所定量(該ペレット中に酸化チタンを200g含有する量)を通させた時の終了圧力(P2)を求める。この圧力差 $\Delta P=P2-P1$ が小さい程酸化チタンの分散性が良好であることを示す。

【0025】〔フィルム製膜方法〕得られたマスターバッチ40重量部、ホモポリエチレンテレフタレート( $(\eta)=0.630$ )80重量部を混合し、270~300℃で溶融押出し、200 $\mu$ のシートを得た。該シートを90℃で同時二軸延伸し、20 $\mu$ のフィルムを作成した。フィルムの製膜状態と、得られたフィルムの平滑性を評価した。

\*【0026】〔フィルムの製膜状態〕

○：破断しないで円滑にフィルムを作成できた。

△：ときどき破断する。

×：頻繁に破断する。

【0027】〔フィルムの平滑性〕：目視評価。

○：均一で滑らかである。

△：若干ブツが生じる。

×：著しくブツが生じる。

【0028】〔紡糸方法〕得られたマスターバッチ10重量部、ホモポリエチレンテレフタレート( $(\eta)=0.630$ )100重量部を混合し、縦型テスト紡糸機(富士フィルタ製スピニングテスター)にて紡糸、4倍延伸後140℃にて熱処理を行い、3.00デニールの繊維を作製した。紡糸する際の糸切れ性を評価した。

【0029】〔糸切れ性〕

○：糸切れしないで円滑に紡糸できた。

△：ときどき糸切れが生じる。

×：頻繁に糸切れする。

【0030】

【表1】

表1

試料	酸化チタン表面処理		配分率 (%)	分散性 (%)	$\Delta P$	フィルム 製膜状態	フィルム 平滑性	糸切れ性
	アルミナ	シリカ						
1	0	1.0	0.558	88.3	7	○	○	○
2	0.6	1.5	0.509	80.8	9	○	○	○
3	0.3	1.0	0.533	84.6	1	○	○	○
4	0	0	0.540	86.7	253	○	×	×
5	0.5	2.5	0.487	77.1	20	○	△	△
6	0.5	0.01	0.512	81.2	170	○	×	×
7	2.5	1.0	0.303	48.1	38	×	△	△
8	2.0	2.5	0.258	47.3	46	×	△	×

【0031】

【発明の効果】本発明の着色剤組成物を使用することによって、高分散かつ物性低下の少ないポリエステル着色成形物を得ることができる。特にフィルム、シートなど※

※の薄膜及び繊維などの成形品にとっては極めて高い分散性が要求されると同時に物性維持も要求されるため本発明の着色剤組成物は極めて有用である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

C08K 9/04

D01F 1/04

6/62

識別記号

片内整理番号

302

306

FI

C08K 9/04

D01F 1/04

6/62

技術表示箇所

302Z

306C

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-227768

(43)Date of publication of application : 02. 09. 1997

---

(51) Int. Cl. C08L 67/02

C08L 67/02

C08J 3/22

C08J 5/18

C08K 3/22

C08K 9/04

D01F 1/04

D01F 6/62

D01F 6/62

---

(21)Application number : 08-007970 (71)Applicant : TOYO INK MFG CO LTD

(22)Date of filing : 22. 01. 1996 (72)Inventor : MIYASHITA SUSUMU  
SAKUMA KANA  
KAWAMURA MASAYASU

---

(30)Priority

Priority	07328531	Priority	18. 12. 1995	Priority	JP
number :		date :		country :	

---

(54) COLORING AGENT COMPOSITION AND MOLDINGS PRODUCED BY USING THE SAME

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a colorant composition by mixing a high-concentration of titanium oxide with a polyester resin with a specific retention of intrinsic viscosity, thus having a high dispersion of titanium oxide with reduced deterioration of physical properties, being useful for film or the like.

SOLUTION: (A) Titanium oxide containing 0.1-2.0wt.% of polyol and (B) a polyester resin with  $\geq 80\%$  retention rate of its intrinsic viscosity are contained and they are kneaded with heat. In the component A, it is preferred that alumina and titanium oxide are contained in amounts of 0.1-2.0wt.% and 0.1-2.0wt.%, respectively and the titanium oxide is in the anatase form. The component A is prepared, for example, by adding a polyol such as trimethylol-propane to titanium oxide, homogeneously mixing them with a high shear force mixer such as a Henschel mixer followed by surface treatment.

---

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.08.2000

[Date of sending the examiner's  
decision of rejection] 20.05.2003

[Kind of final disposal of  
application other than the examiner's  
decision of rejection or application  
converted registration]

[Date of final disposal for  
application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

[Claim(s)]

[Claim 1] The coloring agent constituent characterized by being the coloring agent constituent which contains the titanium oxide containing 0.1 - 2.0% of the weight of polyol, and polyester system resin, carries out heating kneading and changes, and the limiting viscosity retention of the polyester system resin in this coloring agent constituent being 80% or more.

[Claim 2] The coloring agent constituent characterized by being the coloring agent constituent which contains the titanium oxide containing 0.01 - 2.0% of the weight of an alumina, and 0.1 - 2.0% of the weight of polyol, and polyester system resin, carries out heating kneading and changes, and the limiting viscosity retention of the polyester system resin in this coloring agent constituent being 80% or more.

[Claim 3] The coloring agent constituent according to claim 1 or 2 characterized by titanium oxide being an anatase mold.

[Claim 4] There is no claim 1 characterized by being a coloring agent constituent for polyester system resin, and it is the coloring agent constituent of a publication 3 either.

[Claim 5] Claim 1 thru/or the moldings which changes using the coloring agent constituent of a publication 4 either.

[Claim 6] The moldings according to claim 5 characterized by being a film or fiber.

---

#### DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the moldings of thin films, such as a polyester moldings especially polyester film, and a sheet, or the coloring agent constituent which is excellent in the dispersibility suitable for coloring of fiber in detail about the coloring agent constituent used in case coloring fabrication of the thermoplastics is carried out. Furthermore, it is related with the coloring agent constituent which does not cause the physical-properties fall of a moldings in detail, and the moldings which comes to use the coloring agent constituent.

[0002]

[Description of the Prior Art] There is a masterbatch which the resin of the shape of the liquid color which distributed the pigment in the dry color of the shape of powder which mixed the pigment and the dispersant, and the ordinary temperature liquid-like dispersant or a paste color, and an ordinary temperature solid-state was made to distribute a pigment to high concentration, and was made into the shape of a pellet type or a flake in the coloring agent constituent used in case coloring fabrication of the thermoplastics is carried out. Especially, the masterbatch which is excellent in the ease of handling and the work environment maintenance at the time of use is used in many cases.

[0003] The former to polyester resin harnesses the outstanding mechanical property and dimensional stability, and chemical resistance, and is used in many fields, such as an object for a package, a film application, and fiber. Moreover, titanium oxide is used so much as white pigments for resin coloring for outstanding whiteness, quantity concealment nature, and quantity tinting strength. The coloring agent constituent containing the polyester resin which has the applied outstanding property, and the titanium oxide which has the outstanding concealment nature etc. is widely used for other various moldingses, such as a metal plate laminate film, a film for a credit card or telephone cards, or fiber, in recent years, and the use range tends to spread increasingly.

[0004] In order to satisfy both the demand of the thin-film-izing and the thinning collected to moldingses, such as a film, and the concealment nature called for especially in recent years, it will be necessary to increase the content of the titanium oxide in a moldings (high-concentration-izing), and the dispersibility of the titanium oxide in a moldings also needs to improve. From the fiber application, the thread-breakage prevention at the time of carrying out spinning and reduction of the clogging frequency of the filter in a spinning machine, i. e., the high dispersibility of titanium oxide, are demanded. Since it corresponds to these demands to a moldings, dispersibility is good in titanium oxide during the same demand also as the coloring agent constituent used in case a moldings is obtained, i. e., a coloring agent constituent, and containing in high concentration is called for.

[0005] In order to improve weatherability, dispersibility, etc., as for



the titanium oxide used on the other hand in case polyester resin is colored, it is common that various surface treatment is performed. This surface preparation is divided roughly into inorganic processings (an alumina, a silica, titania, JIRUKONIYA, etc.) and organic processing (a polyol system, silicon system). By the above processings, the dispersibility of the titanium oxide to polyester resin improves, and weatherability's of the moldings containing this titanium oxide improves.

[0006] However, even if it is titanium oxide which performed the above processings, generally it has moisture and a lifting and molecular weight fall [ the polyester resin in a coloring agent constituent ] hydrolysis with the poured moisture. And the coloring agent constituent containing the polyester resin with which the applied molecular weight fell becomes a cause about the fall of the physical properties of the moldings which changes using this coloring agent constituent. If high-concentration titanium oxide is contained especially in a coloring agent constituent, the molecular weight fall of polyester resin will become remarkable, and if the coloring agent constituent containing the remarkable polyester resin of a molecular weight fall is used, the physical-properties fall of a moldings will also become remarkable.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention is a coloring agent constituent which contains titanium oxide in high concentration, and is offering the coloring agent constituent which is excellent in dispersibility and does not cause the physical-properties fall of a moldings.

[0008]

[Means for Solving the Problem] That is, the 1st invention is the titanium oxide containing 0.1 - 2.0% of the weight of polyol, and a coloring agent constituent which carries out content heating kneading of the polyester system resin, and changes, and is a coloring agent constituent characterized by the limiting viscosity retention of the polyester resin in this coloring agent constituent being 80% or more.

[0009] The 2nd invention is a coloring agent constituent which contains the titanium oxide containing 0.01 - 2.0% of the weight of an alumina, and 0.1 - 2.0% of the weight of polyol, and polyester system resin, carries out heating kneading and changes, and is a coloring agent constituent

characterized by the limiting viscosity retention of the polyester system resin in this coloring agent constituent being 80% or more.

[0010] The 3rd invention is a coloring agent constituent the 1st invention characterized by titanium oxide being an anatase mold, or 2nd given in invention.

[0011] the 1st invention characterized by the 4th invention being a coloring agent constituent for polyester system resin thru/or the 3rd invention — it is the coloring agent constituent of a publication either.

[0012] the 5th invention — the 1st invention thru/or invention of 4 — it is the moldings which changes using the coloring agent constituent of a publication either, and the 6th invention is a moldings 5th given in invention characterized by being a film or fiber.

[0013]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, this invention is explained to a detail. The polyester system resin used by this invention is conventionally well-known resin. It is polyester which can be made to be able to carry out condensation polymerization of a terephthalic acid, isophthalic acid, naphthalene -2, the aromatic series dicarboxylic acid like 6-dicarboxylic acid or its ester, and the \*\*\*\* glycols, such as ethylene glycol, a diethylene glycol, and tetramethylene glycol, and can obtain them. Polyethylene terephthalate and polybutylene terephthalate are mentioned as a typical thing. These polyester resin may combine two or more sorts of carboxylic-acid components, and two or more sorts of diol components.

[0014] It is desirable to contain polyol 0.3 to 1.5% of the weight by the titanium oxide used by this invention containing 0.1 – 2.0% of the weight of polyol, and containing 0.01 – 2.0% of the weight of an alumina and 0.1 – 2.0% of the weight of polyol, and when it contains an alumina, it is desirable to contain 0.1 to 0.6% of the weight. Moreover, from the point of a whiteness degree, it is desirable that it is an anatase mold.

[0015] If an alumina exceeds 2.0 % of the weight, the moisture in an alumina will become the cause which promotes hydrolysis of the polyester resin in a coloring agent constituent, and causes a molecular weight fall.

[0016] Moreover, if polyol exceeds 2.0 % of the weight, polyol will decompose at the time of coloring agent constituent manufacture, and it will become easy to generate an odor and emitting smoke. On the other hand,

the dispersibility of titanium oxide becomes that polyol is less than 0.1 % of the weight with a defect.

[0017] As an approach of obtaining the titanium oxide containing an alumina, in case titanium oxide is manufactured, the salts water solution of aluminum is added, and a titanium oxide particle front face is covered with the water oxide which adds and generates the alkali or the acid which neutralizes this. A decantation, filtration, and washing remove the water-soluble salts which carry out a byproduction, finally they adjust and filter Slurry pH, and wash it with pure water. It dries with a spray dryer etc., and fluid energy grinders, such as a jet mill, grind the washed cake, and it obtains target titanium oxide. Or surface treatment may be performed to commercial titanium oxide.

[0018] What is necessary is to add polyols, such as trimethylol propane, trimethylolethane, and triethanolamine, to titanium oxide, and just to mix and carry out surface treatment to homogeneity using high shearing force mixers, such as a Henschel mixer and a super mixer, in order to obtain the titanium oxide containing polyol.

[0019] the above titanium oxide used by this invention -- 0.05-0.40 micrometers of particle size distributions Mean particle diameter of 0.15-0.20 micrometers it is -- things are desirable.

[0020] That the coloring agent constituent of this invention should just blend aforementioned titanium oxide and polyester resin at a rate of  $2/8 - 8/2$ , it is desirable that it is  $5/5 - 7/3$ , and it should just carry out heating kneading of titanium oxide and the polyester resin using various mixers and dispersers, or a kneading machine. Moreover, as for the coloring agent constituent of this invention, it is desirable that it is the masterbatch of the shape of a pellet type or a flake.

[0021] The limiting viscosity of the polyester system resin in the coloring agent constituent of this invention shows the condition of degradation (hydrolysis) of this polyester system resin. the polyester-resin solution with which the concentration which is made to dissolve the polyester resin in a coloring agent constituent for the coloring agent constituent which contains titanium oxide and polyester resin, carries out heating kneading and changes using a suitable solvent, and comes to dissociate titanium oxide differs -- two or more -- using -- the viscosity of each resin solution -- asking -- a law -- it is the value for which plotted the value of

viscosity/concentration to concentration, and concentration 0 was extrapolated and asked according to the method. Limiting viscosity retention is a ratio to the limiting viscosity of the polyester resin (blank) used for this coloring agent constituent of the limiting viscosity of the polyester resin in this coloring agent constituent, and the polyester resin in this coloring agent constituent has not deteriorated, so that the limiting viscosity of the polyester resin in this coloring agent constituent is so close to the limiting viscosity of a blank that [ that is, ] the applied value is large.

[0022]

[Example]

Melting kneading of examples 1-3, the example 1 of a comparison - 50 % of the weight (eta) (= 0.630) of 5 gay polyethylene terephthalate, and the 50 % of the weight (what performed each processing shown in table 1.) of the anatase mold titanium oxide was carried out with the melting kneading machine, and the coloring agent constituent (masterbatch) of a pellet type was obtained, and it asked for the limiting viscosity retention of the polyester resin in the obtained masterbatch according to the following approach. Moreover, while evaluating the dispersibility of the obtained masterbatch, using the obtained masterbatch, the film was created and the physical properties etc. were evaluated. It is Table 1 about a result. It is shown. In addition, the odor generated the examples 2 and 5 of a comparison in masterbatch creation time.

[0023] [Limiting viscosity (eta)] and [limiting viscosity (eta) retention] the viscosity in 30 degrees C of each polyester resin solution after limiting viscosity (eta) dissolves the polyester resin in a masterbatch for the masterbatch which contains 0.1g, 0.3g, and 0.5g for polyester resin, respectively using 100ml of mixed solvents of a phenol / tetrachloroethane =50 / 50 (weight ratio) and centrifugal separation removes titanium oxide -- measuring -- a law -- it asked according to the method. In addition, instead of the masterbatch, in the case of the blank, polyester resin itself was used, and it asked for limiting viscosity like the above except not passing through removal of the titanium oxide by centrifugal separation. Limiting viscosity retention is the limiting viscosity of the limiting viscosity/blank of the polyester resin in a masterbatch.

[0024] The 20mm (product made from Oriental energy machine ) of the

[dispersibility evaluation approach] lab PURASUTO mill single screw extruders 40/80/120/500 of an outlet It equips with the screen of a mesh which becomes fine one by one. It is low density polyethylene (specific gravity 0.916, MFR 9.0g/10min) at 50rpm and extrusion temperature 300 \*\*. It is a masterbatch 1:1 The blended pellet Through, It asks for the initial pressure (P1) when beginning to let it pass, and is said 1:1. It is the specified quantity (amount which contains 200g of titanium oxide in this pellet) about the blended pellet. It asks for the termination pressure at the time of making it pass (P2). This differential pressure  $\Delta P = P2 - P1$  It is shown that the dispersibility of titanium oxide is so good that it is small.

[0025] The [film film production approach] The masterbatch 40 weight section and gay polyethylene terephthalate (eta) (= 0.630) 60 weight which were obtained were mixed, and melting extrusion and a 200micro sheet were obtained at 270-300 degrees C. Coincidence biaxial stretching of this sheet was carried out at 90 degrees C, and the 20micro film was created. The smooth nature of the obtained film was estimated as the film production condition of a film.

[0026] [The film production condition of a film]

0 : the film has been smoothly created without fracturing.

\*\*: Sometimes fracture.

x: Fracture frequently.

[0027] [Smooth nature of a film]: Visual evaluation.

0 : it is uniform and smooth.

\*\*: BUTSU arises a little.

x: BUTSU arises remarkably.

[0028] The [spinning approach] The masterbatch 10 weight section and the gay polyethylene terephthalate (eta) (= 0.630) 100 weight section which were obtained were mixed, it heat-treated at 140 degrees C after spinning and 4 time extension with the vertical mold test spinning machine (spinning circuit tester made from the Fuji filter), and 3.00-denier fiber was produced. The thread-breakage nature at the time of carrying out spinning was evaluated.

[0029] [Thread-breakage nature]

0 : spinning was able to be smoothly carried out without carrying out the thread breakage.

\*\* : The thread breakage sometimes arises.

x : Carry out the thread breakage frequently.

[0030]

[Table 1]

[0031]

[Effect of the Invention] By using the coloring agent constituent of this invention, a polyester coloring moldings with few high distributions and physical-properties falls can be obtained. Since physical-properties maintenance is also required especially for mold goods, such as thin films, such as a film and a sheet, and fiber, at the same time very high dispersibility is required, the coloring agent constituent of this invention is very useful.